Best Available Copy

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公 表 特 許 公 報 (A)

(11)特許出額公安番号

特表平7-500124

第3部門第3区分

(43)公表日 平成7年(1995)1月5日

(51) Int,Cl.*	識別記号	庁内弦運番号	FI		
COSF 12/08	MIT	7211-4 J			
8/00	MJD	7308-4 J			
22/06	MLT	7242 —4 J			
C08L 25/00	LEJ	9166 – 4 J			
			新文· 文献文 子部密查通求 有 (全 6		
(21) 出版銀号 特額平5-502749			(71) 出頭人 シンベント アクチーセルスカフ		
(86) (22)出戰日	平成4年(1992)7	月15日	ノルウェー営 エヌー7034 トロンドへ		
(85) 翻訳文提出日	平蚊6年(1994)1	月14日	ム(番地なし)		
(86) 国際出額番号	PCT/NO92	/00123	(72) 死明者 ベルゲ, アルビッド		
(87)国際公開番号	WO93/021	1 2	ノルウェー国エヌ - 7030 トロンドへ1		
(87) 國際公開日	平成5年(1993)2	月4日	ム、エルリング スクヤルグソンズ ク		
(31) 優先権主張番号	9115372.	6	h. 14		
(32) 優先日	1991年7月16日		(72)発明者 ニルセン,トムーニルス		
(33) 優先福主張回	英国 (GB)		ノルウェー国エヌー?053 ランヘイム.		
(81)指定国		CH, DE,	ヨルドグロットプン、15		
DK. ES. PR. GB. GR. IT. LU. MC. N			(74)代理人 分理士 核村 皓 (543名)		
L. SE), AU. B					
s, 52,, 4,5, 2					
=			最終頁に統		

(54) [発明の名称] 分散液の製造法及びポリマー粒子の製造法

(57)【要約】

分数された値かに襲戦したポリビニル種粒子をイオン 化用液体を用いて軽調させる分散液の製造機にして、数 種粒子は、該種粒子をイオン化用液体により超調させて 液油の分散液を形成する共有結合したイオン化可能な基 を含有し、影画像に得られる液湖は該種粒子の容積の少 なくとも5倍の容積を有する、前配分散液の製造法。酸 イオン化用液体は蜜合可能なモノマーであるか、又は酸 モノマーを含有するものであってもよいし、或いはその ようなモノマーが仕込まれるものであってもよい。 該モ ノマーの蛋合は影調中又は影闘後に液露中で行われてポ リマー粒子を形成する。

55 R & & & @

- 1. 分数されたほかに気感したボリビニル性粒子をイマン氏用液体を照いて節 数させる分析液の凝固族にして、軟性粒子は、数理粒子を整ィオンを自収体によ り物理させて深刻の分数放を形成する共在総合したイオン化可能な概念会習し、 総理技に得られる建造に政策化子の容易の少なくとも5位の容易を有する。 科記 会教教の製造法。
- 7. 叙定力、表現止に得られる成功が報位予の存储の少なくとも10年の容量 そ在する。温泉の戦闘第1項に記載の方法。
- ま、 教記がリゼニル侵力子が、一合給性ビニルモノマーと架構用の多質時代ビ ニルキノマーとも、被害な役法ピュルモノマーをモノマーの役立量差渉で e. ej~3紫星%の量で使用して弁養合させることによって整理される。 探水 の最終第1~2項のいずれか1項に収配の方向。
- 」 研究ポリビニル独立子がステレン又はステレン選挙体を飛進用の多官的性 ビニルセノマーから製造される。対学の板医療!~3項のいずれか【海に配数の
- 5. 曾記載拉子中のイオン化写能な芸が大場中ン酸基(=SO川付))又は スルオン飲の返である、請求の秘密集)~4年のいずれか!症にを飲め方法。
- 6. 前紀スルホン製品が、理技子を製造するためにスルホン政務を労啓成果に 共甘粕合して含有する一倍化性の労奋減ビニルモノマーを見いることによって単 対子に担み込まれる、意识の都語第5項に記載の方法。
- 7. 前記スルホン酸基が芳香設理のスルホン化による理算子の後担性によって 技術性子に担め込まれる、建水の転回第6項に記載の方法。
- 6. 在記録数子中のイオン化可能な多が式

(式マ、R、、R。及びR、はアルキルである。) のものから選択される。幼泉の韓国第1~4名のいずれか!頃に記載の方法。

のアミンとの反応、迷いて、誘気だらば、沃化メチルとの反応、次いで差

そもにらず水酔化アルカリとの反応で

(域中、R、及びR、はてルラル基である。) に転化させる、請求の範囲第15項に起棄の方法。

- 18. 同記録女子会。默拉子を感問させるイオン化馬近外に分数させる、請求 の歌節数(~)7項のいずれか!現に拒殺の方法。
- 1年 「内配理技子を銀視させるイオン化司被体が水である。 加京の衛頭第1~ 18項のよずれか1項に記載の方法。
- 20. 胸紀イオン化形、動向性液体が強いたチオン超媒和総を育する非プロト ン系型はてある。第末の製造家(~)8項のいずれかり間に記録ら方点。
- 11、 在設備環境経済がDMS Oである。202の範囲第2 6所に認識の方法。
- 育記測を子を非常理性媒体に分析させ、得られた分散点に集団性技体を 仕込んで対非無荷性改体に分散されたイオン化環治はで影響された他位子より成 る疾激を20枚をせる、ほぶの仮図第1~1?程のいずれか!塔に記数の方法。
- 23. 前記憶数子を事間させて放露を影成するイイン企用動品性表体が置合可 職なモノマーであるか、又は灰モノマーを含分するものであるか、皮にはそのよ ラなモノマーか仕込まれるものであり、そしてゴモノマーの気を必要の中又は寒 痛後に健液機中で行ってポリマー技子を記象する。危険の範囲第1~22項心い ずれかし気に記録の方む。
- 21. 前記載台を施算会の射媒として作情する線位子上のイオン化可能な製に よう行う、対求の範囲第23項に記録の方法。

勃森平7-500124 (2)

- 9. 病に対象子が、第一句句でクロセメチルステレンと多常性性ビニルモノで ーから生粒子を製造し、得られたポリマー中のタロロステル語を第二段をで式
 - Я, N-R.
- (式中、R,、R,及びR。は無水の範囲第8項に与えられた意味を有する。) の化合物と反応させ、乾いて水理化アルカリと反応させることによって製造され 8、無水の範囲第8項に記載の方法。
- 14. 仮記目粒子が、イオン化可能な基が大ルポキンル基である様柱子を与え るべくアクリル酸艾はその時神体と深熱筋の多官能性ゼニルモノマーから無視さ れる。対象の原因第1~3項の4 ずれか1項に圧動の方法。
- li. 前記地位テかアクリル他又はその誘導体と多官性性のビニルモノマーと を可強な数字で重合させることによって製造される。 結束の転送祭 1 0 項上記載 の介色。
- 12. 印記団位子が、アクリル独エステルと多官組成ピニルモノマーとも全合 し、 症いて放エステル急を加水分解してカルタキシル基を与えることによって質 汲される、対象の範囲第10項に記載の方法。
- 18. 前記権位子が、無水アクリル酸と多容能性ビニルモノマーとを非プロト ン系統的中で重合し、統にて拡無水物器を能水分解してたルボキンル器を与える ことによって製造される。好味の範囲男!の項に記載の方法。
- 14. 前記被状子が、無水マレイン健康びプ又は解水フマル酸を一百般性ビニ ルモノマー及び手背配性とニルモノマーと非プロトン系容別中で共重合し、続い て政
 広水物法を加水分解してカルボキシル基を与えることによって基础を称る。 表示の範囲探 { ~ 3 項のいずれか | 項に記数の方法L
- は、 エボキン共でき行する程度子を製造し、 数エポキシ指を続いてイオン化 可能な基に配化させる、20mの回路車1~3項の4ずれか1項に配数の方法。
- |4. 打記権性子のエポキシ弟を重要政権イオンとの便能によりスルキン職務 に据化させる、終定の抑制物) 5 男に問題の方法。
- 17. 森配エポキン基を終エポキシ基と式
- 立 前収放子上のイオンル可能な基か供収度体として作用するものである。 設定の範囲第23項及び第24項のいずれか1項に記載の方法。
- 26. 成記を台が自動成基金合である。第次の範囲第22項及び第21次のい すれかし 頃に記載の方法。
- 27. 的記もノマーポレゾルシノールとホルムアルデヒドである。西京の仮路 森23~26項のいずれか1項に記載の方法。
- 28. 何化モノヤーがフルフリルアルコールである、湖水の遊野男23~29 母のいずれか! 毛に記載の方法。
- 24. 承人なれた的記令ノマーかエボキン化会物を合作するものである。 煙薬 の経済第23~26項のいずれかり項に兄根の方法。
- 20. イオン化可能な基金分する権控子の非イオン化用表体や分数数を数算イ オン心層波体を通じて拡放するマノマー会有イオン化用放体を接触させて整備技 子を他問させ、そして全合を行う、請求の処理事業22項に記載の方法
- 31. 形に混合を改善会の始郊として作用する味粒子上のイオン化可能な等に より行ってポリマー粒子を形成する。請求の報題表 3 8 根に配数の方法。
- 22. 耐定性子上のイオン化可能な基が決度応体として作用するものである。 由泉の松田集まま原及び出まし張のいずれかし及に記載の方法。
- 22. 同心の持ちれたモリマー位子を総分部に付して投資性子を改成する。 対 水の配送する3~33項のいずれか「根に起取の方法。
- 34. 前記機技子が確求の範囲第1~22項の4・ずれか1項に記載の単分散攻 油及び耐水の心臓器23--33項の4・ずれかり項に起動の単分数ポリマー粒子を Aよるべく事分数性である、請求の範囲第1~33項のLiffれか!可に起放の方
- 35. 旅水の建設第1~2 2 領及が許3 4 例のいずれか!項に記載の方法によ り製造された金属の分数値。
- 36. カボの英四番と3~34束のいずれか1項に記載の方法により製造され

19. All 18

分散法の緊急地及びポリマー抗子の配合法

本思明は改譲の分色度にして、おいて豊か特別としての名称やイオン化する基 に形理に影響することができる様位子を聞いて、例えば現場成長度合によるがリ マー松子の制造に使用することができるそのような直接分数途の製造施、及びそ のようにして持られる血症数に関する。

世リマー世子、特にフェノール系がリマーのようなポリマーに基づく段階重合 担子は実施から反応性を水に対解し、特られた対象を次いて水不高性の有機液体 に分数をせる曲中水差乳化状態を明いて制造されてまた。その外に重合は、例え ご加速によって及び/又は地域の個人によって関値される。集合後、様子は分離 され、そして医型によっては水は四分数される。

途中未至エマルジョンに基づく方法には扱つかの欠点がある。配合と数数数子の分類の何方を研集と始合を超ささせずに行うことが難し、のである。もう1つの低端は、配合の関連が通すぎないようにすることである。即ら、重合は血中本以エマルジ。ンが開致されるほど思めるれるでない。触縁重な会様尺寸ら場合は、放送を分詞の回転等数を浸して水道に導入することが必要であるだろう。このような力法は、数据を指摘かつ課度可能に解剖することが認まれる場合には過ぎてなく、特に和分数系、関う位子が企て同じ寸点のものである場合の系の製造には会く弱していない。

本集別は、まず返済の分数数を報告し、吹いて、ポリマー粒子が列家とされる 場合は、それら独立中でラノマーの配合を行うことによって上記の欠点を目录し ようとするものである。

しかして、本発明の1つの面によれば、分巻された値かに発達したおりビニル 随位子をイサン化用板体により取成させる分散版の製造地にして、それら程位子 かそれらをイオン化用板体により取成させて放画の分散板を形成する具有符合し たイサン化可能な多を含なし、即面はに違うれる設施の影響が確立子の容数の少 なくともも様、特に少なくとも19号の容別を有する。何記分数級の報路性が異

特表平7-500124 (3)

stens.

本英明のもう!つつ配によれば、非存款会したイオン化可能な品を含むする、 分かされた彼かに理費したポリビニル機性子を置か可能はラノマーであるた果は そのようなモノマーを含むし、吹いはそのようなやノマーが伝送れるイオン化 をは分により無償させて成族の分裂がを示ない。そして影響中又は象徴はモチノ 一の点を収慮中で行わせてポリマー哲学を放ける。ポリマー教子の程達性 が気信される。

イオン代明的な基にイオンを形成する (即ち、イエン代する) ことかできる基 である。 影ち、それら基はイオンの意味で好点することができるものである。 そ のようなかの気知の例は無限が確認の基定がほとも持つれるイオンな形成体は上記 のイマンに可能が悪きくオン化することができるもので、イオンな可能な無止を がインと可能が悪きくオン化することができるもので、イオンな可能な多か 方地合きれている概念ではなっていたが確保により最終をしかられる。

これらの方点において、元々の極处子は、角型的には、最終ポリマー位子の小さい部分、例えば20重量分余度、好きしくは80重量外未満を構成するに過ぎ また。

適適な値位手はイマン化原液体中で高度の整路を構たす化学的基を容する低か に気候したポリビニルボリマーより成る。

型又は反訴の基を含すする信息子は基めて原因性であることに加えて、保険は 配合及び知る性は配合において単純中心としても存得する。

字先切の方法は単分数粒子の製造に管に通している。

本発明の方数で使用するための種数子は、例えばビニルモノマーを外面数体で ての明化基金、製売量合义はく二級基金合本の企用の方法を研りてラジネル重金 することによって製造することができる。

対抗手はまた言葉が分中での分散室合によっても形成することができる。分数 型合性はK、E、J、パレット(K、B、J、Barrett)によって各種に 配づされている (*育性以降ででの分散室な (Dispersion Polymerization in Organic Media)*、J、 フィレー・アンド・ナンズ性 (J、Wiler & Sons)、ウンギン

(London)、1975年)。この方法はモノマーの会割であるか、立体交 定時(steric slabilizer)の存在に起因して変定なポリマー 粒子としては時する生成ポリマーの溶剤ではない有機減体中でモノマーを重なる せることで含む。この方法は多数のモノマーの重合又は角重点に除いることがで i も、また場かに製造したポリマーの取出も可能にする。

リとんど会でのモノマーは一名悪色のビュルモノマーであり、使って存在子の 見能は少量の多官匹数のビニルモノマーを用いることによって運成される。本発 間で決局することかでまる疑問が、例えば多官能比ビニルモノマーの豊は、好為 には、ビニルモノマーのは変量基準でり、91~3%の範囲である。

"一官を注のビニルをノマー"及び"多官職性のビエルモノマー"でも見続は 木切割者ではそれぞれ

- *) (関の重合可能な二重結合、及び
- b) 2個又は2個以上の重き可能な二重な合
- を含分するモノマーを記述すべく用いられている。

特に有限な機能をは、「新定の寸数を有する単分数物的不の製造を可能にする ウザルスタッド(Ugelstad)の活致化熱視症(水理体を一人一質4.4 59.378号)である。

増校をのくまン化用額は中における高度の動品に寄与する共存結合したイオン 化可能な差は快速処理で提収子に導入することができる。イヤン化可能な話はま た他の放送に用いられるモノマー中に存在していてもよく、また、必要ならば、 これの番目性形を使うに一時のに保護されていてもよい、適当な話にストホン機 番、ホスホン機事又はカルギン観光のような軽減、近級アミン又は四級アンモニ ウエヒトロキシドのような程度の身実がにこれら他表が担当の他がある。

使和子は、例えば、ジビニルペンゼンにより架構されたスチレンから配定する ことができる。もう1つの例はジビュルペンゼンにより架構されたアクリル様よ ステルからおブロトンスの例中で製造された粒子であって、この場合その理性子 それらの製造法にアルカリで特徴してそのエステルボを知水分解し、場合数率 1946年の中華

核粒子を包含する更にもうしつの方染はてクリル酸~前級の無大物又は健康で

レイン観及び/天は知水フマル他のような見合館水管の环プロトン系が悪中での スチレン及び少量のグビエルペンゼンとの表質者を含むもので、最後に生成物を 加水分解する。

本為別の1つの原彦にないて、旨合は他粒子を重合されるへき実際のモノマー が切えられている、又は前いて加えられるイオン化用収率により影響させた後に 行われる。

●遊びモノマーの例にフルフすれてルコール、フルフラール、フルフリルナルコールーホルエアルデヒド、フェノールーフルフラール、フェノールーフルフリルアルコール、レソルシノールールルエアルデヒド、プレノールーホルムアルデヒド、展示ーホルムアルデヒド、ノラミンーホムアルデヒド、エボキン化合物、エボヤンーフミン化合物及びジイソシアネートーポリヒドロマン化合物の原かある。

段階級長組合(step-srowib polymerizetion)の 指集型であれば減でも適当なモノマー及びモノマー場合物を超がすることができ るだろう。有別は環境はパーガモン・プレス社(Persomon Press pjc)が1689年に刊行した基合ボリマー修御

(Comprehensive Polymer Science), #9マーの会成、特殊なが、反応及び保護(The Synthaeis.

Character(Ization, Reactions & Applica (Ions)、多5色に与えられている。

を成した粒子の内面で行われる食合は、好能には、加熱及び/又は危険で引き 約こすことかできる。好なしい1つの意味において、重合は物粒子を保険してい るボリマーに内容能合された数又に坚然の茎で起疎される。

そのような取出が立合の1つの例として、第一工程で学量のソビエルペンゼン により実現されたポリステレンの機攻子を制きするものかある。報味子は次に施 製造中でスルカン化され、これにより通常労者施展当たり的1間のスルホン改多 か与えられる。

スルホン化された技能手は耐定のイオン化用車体中でスルホン酸含量と準備機 で決まる記憶まで動却する。

物表平7-500124 (4)

例えば、8 1%のグビニル合置を育するスルホン代ポリステシン理处子伝承 中においておぼで201倍収上製品することかできる。製品した位子は遺転の水 田中ではとんどが大きな"水"商となってなり、元学県後年では位初コントラス ト先学品を描いなければ観点するのか低めて包含である。

イオン化用連体は通常体帯のプロトン系物質であるけれども、イオン化可能な 左を有する地位子の高度の影響はファチルスルキキシド、ヘキナメチル収益アミ ド及UN、Nージメチルホモレア!F年の双連性非プロトン系統的中でも選択す ることかできる。

例えば、レブルシノールとキルムアルデヒドの水路をモスルホンの理性子と関 合するならば、食で味味されるレゾルンノールとホルムアルチヒドとの圧症はほ とんと思う思想した女子内で起こる。反応中、モノマーは女子内に連席的に報道 され、そこで営会反応が起こるのである。

♦、1分のリビニルペンゼンで製造された寸法3、5±mの単分数ポリステレ ン粒子上にスルホン**伝送を導**入すると、寸点が18mmほどのレゾルシノールー ホルニアルデヒドの保分数は形仗子の製造を可能とする強かもたらされる。

上記と同様の根據を持つが、寸点か」(8 世前の革命数数子を呼いて出発するこ とによって、寸込が一6日 xmの部分数レゾルンノールーホルムナルデヒド位子 お数法することが可能である。

酸性は食合の傷の砂に放弃しホルムアルデヒドボリマーの、及びフルフリルア ルコールボサマーの洋分散粒子の配合がある。

神道を思いる上記の原理は意味でミンズは四数アンモニウムヒドロヤシド等の 位当の基を育する個位子を決局する塩基維塩量をだおいても間様に発用すること がてきる。式

(文中、R.、R. 及びR、はてルキルである。) の四級アンモニウム等を存する各位子は、例えばまず国かに発展したポリークロ ロメテルステレンの位子を収慮し、次いでこれら位子を式

て但正的現イオンとの反応でイオン化可能な事。例えばスネタン教徒に転化され る。エポキツ亜はまたそのエポキシ是と式

H-N-R. のすてンとの反応、政策ならば続いて伏化ノチルとの反応、吹いて高

の三級アミッと、最後にアルカリと尼切させることによって得ることができる。

このような質粒子は、例えばフェノース系化合物の現為触媒重合に適している。

エポキン主を合有する強な子も報念することかでき、その場合スポキン差は良い

(武中、尺、、尺、及び尺、は上把と関じてある。)

をもたらず水砂化アルカリとの反応で

(式中、R. 及びR. はアルキル都である。)

に優化させることもできる。

本英明の支に他の収費において、他位子の取締にモノマー性反応体の「他又は 2 推奨上により設得される。ここで、モノマー性反応はは暴闘所として作用する。 イオン化が統律としての配力を存するのかよい。

『存はカルボン絵画を有する乾燥器粒子の皮吹エボキン化合物による展示であ メ、この場合、質会はエポキリ基と確放子上の它はは耐圧との保存も意識に含む。 グリンドースからの粒子の観点はその原理を示すべく与えられるもので、この場 合イオン化財技体とセノマーとは同じものである。

もう!つの手出は第一工程における教徒保放子を非動物性英体に分散をせるこ

とを含む。次いで、少なくとも「智が雑な子を改造させる能力を存する 1 報又は 2 推試上の試剤を影励用媒体を介しての又は整備用媒体からの理性子への探散に より基位子に導入される。全合反応を確認するのに必要となるだろう性の便化体 もそれらか開発予に配合的文は重合中元放散する連枚領に加えることができる。 生起する最合反応は推哲学上の化学49番の触筆が果に依存してもよいも保存しな くてもよい。可能な方法のおはイソシアネートとポリとドッキシル合物との反応 及びエデキッ化合物とジアミンとの反応である。

以下に思えられる例においては単寸油の健性子が使用されている。引き続いて 行われる影響及び重合は多粒子において同一であるから、これは最終結果として 型分析や子をもたらず。型分数系は光学数は進でもデル技店を研究し、続いて影 因及び集合を行うのを集めて容易にする。

しかし、単分散数子には色々な応俗に対して大きな一般的興味がある。知られ ている思りでは、文章には、例えば使用技に位子から初頭された所定の寸法を有 する単分級数子を与えるいかなる方法も配載されていない。 最終ポリマー位子の 寸法は極杖子の寸法と組成及び使用されるモノマーの量を選択することによって 知道することができる。

主発物は、例えば段階的乗るて集合することによって形めて多数のモノマーか らほる始ポリマー 粒子を整次するのを可能にするほのでの一般的方法を述べる 6 のであって、そのような粒子は平角肌の更にもうしつの何点を化す。

本発明の受にもラーつの面によれば、特にレブルシノールーホルムアルデヒド の粒子に砂塩粒子の製造に非常に置していることが見いだされた。単分数レゾル シノールーホルムアルデヒト女子の思分解を、申えば不活性雰囲気中、1690 でて行うことによって承形の単分数投表位子が得られるのである。これらの粒子 しまた本発明の更に他の語を構成する。

鑫─SO。"H* 老牧丁&寸洗3、5 m 四種似乎

り、1割量分のプピエルペンゼンにより製造されたポリステレンの寸法8、5 2000部分数粒子をウゲルスタッドの活性化助療施で製造した。

図形分を量が20gに等しい上記の寸法3、5mmのPS/DVB粒子の水燃

分数波を吸引達遇し、フィルター上でメタノール2GemL(ミリリットル)で **統申した。これらの担った位子をフィルターから探収し、設定時(95~97** N) \$ 0 9m Lに 2 4 ではおいて流井しながら分散本せた。この分割版を 8 0 で で3時間、次いで100℃で3時間建設した。この部分形成を収拾した外に注ぎ 込み、永で無利し、そして進む必要した。これもの粒子を次に再分数させ、そし て上述なのり行か的8になるまで放西達心分離した。 その最終分散放は関邦分割 型が3、5 4 分で、正正 2 6 mmの専用した単分数技能から採っていた。

#-SO: "H' を育するサ深! 0 smの積収子

0. (聖量的のジビニルペンゼンにより服務されたポリスチャンの寸法10g mの個分数数子をウゲルスタッドの活像化価機能に従って転送した。

上型の収益法からの収集ビーズもまそ位停下で認発数200回しに分散させ、 8 0 5元27時間仮動した。次いで、このゼーズスラリーを冷却し、本治メタノー ルミン(リットル)と混合し、そして反便して比略させた。状味した物質をメダ ノールでそのメタノール相がほとんど中語の5月を示すようになるまで味り至し 茂歩した。 あいで、 そのスルホン化された保証子を発気中で発達した。 それらの 粒子は乾液状態で凝集したが、水に再分散させると第一の連維した場合取収率と して常飾した。放進の水中に合ける遊話は70mmであった。

上記により得られた寸段(9ヵmの乾燥スルホン化値粒子をジメテルスルホキ シドに回接に再分散をせた。これら位子は原理的10gをまで影響した。 (F) S

çн, -N-ÇH* OH. ĊH.

€有する寸短3、5 pmの経済子

0、【全量対のグビニルペンゼンにより収集されたポリクセロノナルステレン の寸位3、50mの単分数位子をウデルスクッドの活性化学現在に従って製造し 28米性分散症として交びされた上記の性子58モトリノテルでもつかなる(37%) 200mしと混合し、場面温度で24年配容分した。次に、過期のトリノテルで1ンを真空下で配出し、その位子を0.5N NaOH旅店200mして現場した。最後に、それら数子を次は、あ分数数件で次によう使用したそのよが中性にはるまで他の近し他のした。政済の水中における当体は12mであった。

例4 <u>多十〇〇〇Hをサナる寸能と、7g四の様位子</u>

寸点ませいの最分数ボリ(ブチルアクリレート・ジビニルベンゼン)数千(D YB・0. ! 食量分)55gを、KO門を19場合有する水/2ーブロパノール (4:1) 物変90のLに分数させ、秩序下で10でにないて24時間保持した。この想効域を展面温度まで地切し、保容量のメタノールで参収し、試験させた。その数子をメタノールにより各連が関でメタノール他の9目が~7となるまで書の長し及浄、試験させた。最後に、それら粒子をアセトンとヘキサンで表示し、3ので並気中で収益した。数子の進路は2、7gのであった。粒子を水に昇分数させると、それら粒子は器関して11.8gのの機道となった。

レブルンノールーホルムアルデヒド粒子の製造

前1から呼に、粒子の粒類思慮か1gに等しいスルボン化された単分散理数子の分析集185gに水1、8し、レブルンノール325g及び37米ホルムアルデヒト協成880gを加えた。この通合物を性件下、05年においても、8年間加速して寸波18gのの単分数レブルレノールーホルムアルデヒド数子を得た。この反応度が特をジオキナンで影響し、その粒子を一代沈減させた。それら粒子を水根が偏砂を含ませくなるまで水への男分数とは降を参回はり返した。最後に、対子を複数を強した。

伊金

比分数レゾルシノールーホルムアルデヒド数子の製造

助1から時た、原形分合量が1gに等しいスルホン化された集分数便位その分 他故185gに水り、91、レゾルンノール452g及び37%ホルムアルデヒ

2. 0gとの保合物を使得下で抑えた。5 0℃で5時間後に、寸床6. 3 mmの 触子が影成されていた。

*5*111

<u>世分数フルフリルアルコール粒子の製造</u>

第2から徐たスルホン戦器を育する寸換10μmの乾燥性子100mgを少量の水で落らして追踪ペーストとした。このペーストをフォフリルアルコール10mLに保険下で分数させ、そして超度を10℃に起す。その過度で15分間保持することによって整合を開始させた。アセトン中で加回水手、沈降を行うことによってその立子を分類した。最終20千の選ばは21μmであった。 第12

以分析尿炎・ホネルアルデヒド化学の製造

例2から時たスルボン酸番を育する可以しる点面の粒子100の変を水10g に分数させた。この分数数に尿素ーのルムアルデビドのダルー「ダイノ (Dyno) L=[03] 10gを加え、この混合物を収率すで50~55℃に おいて2時間保持した。寸速50ヶmの部分数数子を37点面の部上で分離し、 これを水で数割数がした。乾燥すると、粒子は45点面に収縮した。 例13

メチレンーピス (フェニルイソシアネート) (MD 1) からの粒子の報道

別のから場合で登し、0点面の転換性平面、3 変形「C | 飲から待た立体学院有 ドー190-352・0、5 変を含有するトルエン50度に分散させた。次いで、 トルエン50度に分析ー190-332・0、5 変との連合物に分散させた水 0、7変を加えた。国際下でその次は粒子を浸金に無償させた。免験に、トルエン18mLとドー190-332・0、28を心理合物に分散をせたメテレンー ビス(フェニルインシアキート)の、75変を加えた。それらを子は水(イオン 正型原体)とMD!(モノマー)との反応に起回してCO2を発生させながら > 100点のまで無償し、その長年が表の他、はサマーのスキン原が強らか 強い、国際国を与えた。それら位子は強さ、たの長年が急に約32mであった。 例14

メチレンービス (フェニスイソンアネート) (NC1) とグリコールからの数

特表平7-500124 (5)

ト選走1355gを加えた。この混合物を使用す、66でにおいて2.5年回記 思した。使手を分割するために対ちの使作と同じ受力を行った。ほられた数字の 寸面はこの場合も18点ので、複批子の最大無関限を反映していた。 由す

総分数レプルンノールーホルムアルデヒ 1727の製造

例2から得た寸点10ヶmの税機数子100mにをま180mに、レプキンノール20g及びホルムアルデヒ「存款(37対)60gを食材する歴史に分散された。 時のれた返合物を促設す、79℃においてく、5時期条件した。 原即風度をで治療した法、それら収予をその税を認合物から分離し、そしてメッシュするまで加の資とで本で使用した。それら収予とまなった。それら収益となった。 ままれたが、変更中ではお子仮覧しても、1gmをなった。

9T 8

多分数レプルンノールーホルムアルデヒド粒子の製造

付きから消たは仮包造の高を守するは、3ヵmの保守の数字の、0.5を分末50mL、レゾキンノール:5を及びまで外ボルムアルデヒド部立は5を全意方する改成に分散させた。この混合物をよるでで2時間高井した。7座8、2ヵmの中分化しゾルンノールーホルムアルデヒド技子が密成された。

914

並分数レゾルンノールーホルムアルデヒドガ子の製造

あるから呼んは微塩をの着を存する寸故を ちょねの乾燥粒子の、05gをトルエン5ggに以体質を刺(1 C! 注から導たH‐190‐332)の存在下で 飲飲させた。 吹いで、レブルンノール 0 4g及び37対れルムアルザとド等等 0、6gを加えた。 25℃でう数間便体すると、寸数6、4μπの数字の型数6 がた。

Ed 1 0

俳分散レゾルシノールーホルムアルデヒド粒子の製造

所まから得た4単位語の著を育する寸法3、5 μmの収録数子9、1まセンル エン5 (gに立体改定剤(IC)比から得たH−190−342)の存在下で分 あさせた。次にで、レブルシノール1、0gと3↑%ポポムアルデヒド部数

子の製産

立体変定制限-190-332 (101批) を1度重知会有するトルエンを2 5mLすつの4つの事業部分に分けた。これら各部分に(1)例2から時た乾燥 粒子0、1g、(8)水0、1g、(3)ユテレングリコール0、7g及び (4)MD1・2、4gを粉々に分数させた。まず(1)と(2)そ気合し、次 いで(3)そ初え、乗扱に(4)を加えた。

水とエナレングリコールを含まする分散液のಮ原項、粒子は一名りμ由度で動 戻した。MDJを加えると、セチはCO。の変生に延辺して着しく参加した。そ の粒子を高は従れ、多数に非常に関い表面を持つ寸位25μmの粒子を生成させた。

阿12

グリンドールからの単分数校子の報道

関すから得たカスポン酸基を有する寸級2、『月四の配換機位子6、『まを紙 移すでクチンドール』9mしに分散させた。グリンドールは食分割内に粒子を約 『月のまで砂切させた。採件を25でで20時候を対ると、エポルン器と単位子 上のまんが2数器との収定もまむアリンドールの機能建設をも引きせたした。 20時間後、蛋白したゲリンドールの寸法6、4月四の電子が得られた。 前14

疾患校子の収扱

動もから的た可な」8以前の確認を確された思分数配子5gの試料やクラファイト利用場に入れ、オープン中、1g80でにおいてアルゴン第四条下で4時間 出分解した。BEで放で削減して約600m²/gの比級面積を有する寸池 14.5以前の成分数異素位子が得られた。これらの数子は再覧配を示した。

转表平7-500124 (6)

	多张风景感觉 							
	Manager of the state of the sta	the electric section of the						
-		CLUMBIN WAS						
DCS:	C 06 F 8/00, 291/90, C 69 ii 1/83							
n FE	Tiperes							
	Harris State	- Harris Course						
0 (r. r.)								
	1							
I PCS	COSF; COSJ							
_	Carried Anna San							
	type or at the site bycome							
A.D	F3,00 classes as anom							
	PRINTED TO BE BERNING							
-	" CLYDe of Descript," of 5 lastering of the	THE REAL PROPERTY AND PROPERTY.	ho are to 1 1019 th.77					
	GP, 42. 6326382 (HII TA FROM MEA	CO. (TO.)	1+35					
	2 feators, 1587,							
			i					
			⊁ ->6					
4	EP. 44, 019386 (APPLA SSATETTE	MODER CO., CHO.)						
	73 August 1926,							
			1					
	ED. AL. CONTRE (STRIEF) & Sept.	- 1070	2-26					
μ.	fo. VI. Actions (21915) a school	10.0.	}					
			ì					
ŧ .	1	_	1					
		=	i					
	i		1					
			i					
l	1							
1	,							
	THE STATE OF THE PARTY OF THE P	- Editingen						
1 _	District Control of the Control of the Section of the Control of t							
		Weben ber beiter ber ber ber ber ber ber ber ber ber b	W					
-	MONTH OF SHIP OF THE SHIP OF T	T COOK LOVE TO SEE						
-	DESCRIPTION NO. 400 CHANGE AND SANGELY OF	Toron any and a second						
-	The real property of the land between the land	A server out the spin name						
		Eds &I HHIZEL (1 Pag P products)	الشرا عام					
	ert dawn dengeren stem transpersion gende.							
2740	CREADER ESSE	29 -10- 1937						
15.00	Town on the work	Statute process and						
Ł	ANTON ACTOR ACTOR	Service Micolegonal Co.	general					

And to private give-	Parities In	******		********
	19-06-41	13-4.	1193303 4996266 1217894	69-01-30 91-02-25 89-01-30
in-ti- dissible	86-09-13	.27-4- 03-4- ↓3-4-	62127791 9834035 61263682	87-05-09 87-04-15 80-72-13
1-11- 054 1002	79-19- 0 5	24- 24- 24- 24- 24- 24- 24- 24- 24- 24-	18050 62019 615279 116079 113735 616020 5787350 4375171 6495378	#2************************************

フロントページの絞ぎ

(72) 発明者 プラルグム、ヨンーオラブ ノルウェー国エヌー7079 フラターセン。 ネドレ フラタースプン、2シー (72) 発明者 ウゲルスタッド・ジョン ノルウェー国エス-7012 トロンドヘイ ム, コンゲンスグト・84

特表平7-500124

```
【公報種則】特許法第17条第1項及び特許法第17条の2の規定による補正の掲載
【部門区分】第3部門第3区分
【発行日】平成11年(1999)12月14日
【公表香号】特表平7-500124
【公表日】平成7年(1995)1月5日
【年通号数】
【出願香号】特願平5-502749
【国際特許分類第6版】
 C08F 12/08
      8/00
           NUD
     22/06
           HLT
 COST.
     25/09
           LEJ
[FI]
 COSF.
     12/08
           MUT
      8/00
           NUD
     22/06
           MLT
 COSL 25/00
```

1 の思された個人に発用したですむいみを紹介されていた見ば作を使って都 品でものおかがで現代またして、好性化デオ、最低能学を終すていた生産体によってが異まっては強い分等数を生地でのよれずれかしたイネン化可能な基金を与し、 他項目とはないら使用が数度なずの本項のとなっともを確めを懸きまする。所能

2 前記が、後間後に得るれらの意味場合サナラボケルかくとも1045年後 とさてる、数字が始度数14に記述の方法。

- む 前記者、ゴニル係を中心、一支法性ゴニルキノヤ・小型協関の各党法律セニッセプレット、は今年間でビニニ・インサーをサーマーとの登録をする。 の1、21、13年間にの日本院間に下書きまますることによって管理する。当年の記憶を、これで、一学とりませる。
- 金沢塩はデロのイヤンの可能なものでかるべめを「-50。"ト゚) えび おいまい取りまでわる。続くが改善なこへであが、でわか、切りな母の方法。
 金泉のはデサウイマンセリマグランス。
 - -N-ROIT

(女字、ロ。、は。人だけ、はてかせまである。)

のわかからされられる。日本の配出では、まなかいずれかりをに発動の方法。

- 品建設サイを、イモンを可能が高にからポリンをであるがドラマもくもべくブラリングではもの後のほと相乗のの意味をはずエネティーつっかほどかり、は次のと提案は、コンデの・イバンに同じためのがあ。
- 一 声音がはすびですりょれておってからは神とがざませつがエキをパー・とどで内容を辿っておかるなっことによってお言される。「おれの初間あるはどおきんでは、
- も、みだかい場合会は中心区域できますし、はエポリン数を使べてイメッショ 他の最初からかから、資本の範囲等しても時のいずれた。同じ記載の方は、

待表平7-500124

・ 「本の日できるが必要があたらのこと、そうみなったがにものでするとれ そんではようかできまたがあったがなくオン心を成らてお何された日本でもからう 好がもため、その、かれの心をなってもないずのかしないを見なったか。

16、高記書以下を登録されて出来でからてきずす。在まと類は此本に登合用を ジャノマ・でからか、又も以下・マーを含まてるものであらか、続けなそのよう はキノマ・一般は注まれるするであり、でしてはギノマーで支えが記録けるは立場は ははいに謂えて行ってボナマーと下を分成する。初まりを出来してきなかっても かってはないかる。

- 11. 研究を含むを含める場合といすが等さるがありまでくまいに可能な差が立 たけり、数単の機関等との可能能が必要。
- 12 前記を主といえていた利用な人の方式を申じして登まするものである。限 元の直接第10項をびな11項のいずれか1項に基準の言語。
- (1) あためらがたちのかとなったり、ジャンの海にするところりであかってある。1 年にできるから、
- M 身間を「マーニングトン・一ちっコンスアネデミンでおき、原式の幅画数 10~13個の「そのか1項目的なの方法」
- が、前にセノマン・6パルアノルアルニールである。情報の効果を16~13以 たいずれに1のにはおりまな。
- 以、成果された成化をファーショバット 止きれぞさきがるものである。 6 日の 経験量 1 ロートで表示していたしがに置来のできる。
- 13 (もととり取り高を合ける毎日中の中くすと色質が30年(新算を選集)で いた情報的も違くでは無すちゃくいい会會と中、自身の部とを知るさせば減過一 を開発させ、そして過ぎる3月、12年の項目の中間に関係の方法。
- は、自定をおける名を申請して、下部中でき事ができるイヤン任何他の本に、 やけっては、シードややあなずる。初かの資料として母に記載のみ出。
- が、家配点でようとなった可能である共長で作として作用するちゃでわる。数 本の使用は1で見かりな13所のいでとので有に2条の方法。
- ② 内心の有られた者: メーロキを知る者に行して声がなチャルまする。 当本 の心理学: 6~3 年 みついずれかり 質れは異ながる。

また 前記念なず 可は外の窓間等)、9号のいておりますに恋なりが正言意思を (保水の経過等) 6~火で味のいでから、後れのなくありをギャーが予まった なべく来がかまである。高泉の経典をしってもからいずれから年に思見立ため、

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.